

## 日本国特許庁

PATENT OFFICE  
JAPANESE GOVERNMENT

22.12.00

JP00/9135

4  
別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出願年月日  
Date of Application:

1999年12月24日

REC'D 23 FEB 2001

WIPO

PCT

出願番号  
Application Number:

平成11年特許願第365947号

出願人  
Applicant(s):

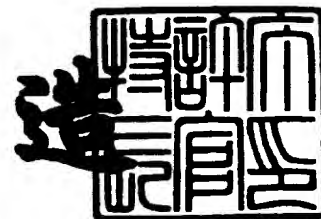
09/914044  
信越半導体株式会社

PRIORITY  
DOCUMENT  
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN  
COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)

2001年 2月 9日

特許庁長官  
Commissioner,  
Patent Office

及川耕造



出証番号 出証特2001-3004746

【書類名】 特許願  
 【整理番号】 98-239  
 【提出日】 平成11年12月24日  
 【あて先】 特許庁長官 殿  
 【国際特許分類】 H01L 21/66  
 【発明者】

【住所又は居所】 群馬県安中市磯部 2 丁目 1 3 番 1 号 信越半導体株式会  
 社 半導体磯部研究所内

【氏名】 八木 真一郎

【特許出願人】

【識別番号】 000190149

【氏名又は名称】 信越半導体株式会社

【代理人】

【識別番号】 100083024

【弁理士】

【氏名又は名称】 高橋 昌久

【選任した代理人】

【識別番号】 100103986

【弁理士】

【氏名又は名称】 花田 久丸

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 019231

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 9808010

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 シリコンウェーハの結晶欠陥検査体及びその結晶欠陥検出方法

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 表面欠陥を除去することなく自然酸化膜を除去した鏡面ウェーハの表面にエピタキシャル成長を行い、該エピタキシャル層の表面に凹凸を有する結晶欠陥を発現させたことを特徴とするシリコンウェーハの結晶欠陥検査体

【請求項 2】 鏡面ウェーハの表面欠陥を除去することなく自然酸化膜を除去する熱処理工程と、

前記熱処理工程を施した鏡面ウェーハの表面にエピタキシャル層の成長を行い、該エピタキシャル層の表面に凹凸を有する結晶欠陥を発現させるエピタキシャル成長工程とにより作成されたことを特徴とするシリコンウェーハの結晶欠陥検査体。

【請求項 3】 前記熱処理工程と前記エピタキシャル成長工程が、常圧の水素雰囲気中で  $900^{\circ}\text{C}$  以上  $1080^{\circ}\text{C}$  以下の温度で行われる工程であることを特徴とする請求項 2 記載のシリコンウェーハの結晶欠陥検査体。

【請求項 4】 自然酸化膜は除去するがシリコンウェーハの表面状態は保持する温度条件で熱処理を施した鏡面ウェーハの表面にエピタキシャル層の成長を行うことにより、エピタキシャル層の表面に凹凸を有する結晶欠陥を発現させ、該凹凸を有する結晶欠陥を光散乱式パーティクル検査装置で検出することを特徴とするシリコンウェーハの結晶欠陥検出方法。

【請求項 5】 前記熱処理ならびに前記エピタキシャル層の成長を、常圧の水素雰囲気中で  $900^{\circ}\text{C}$  以上  $1080^{\circ}\text{C}$  以下の温度で行うことを特徴とする請求項 4 記載のシリコンウェーハの結晶欠陥検出方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、シリコンウェーハの結晶欠陥検査体及びその結晶欠陥検出方法に係り、特に、エピタキシャル層を形成することにより、シリコンウェーハの表面に

形成されている結晶欠陥を凹凸状に発現させて有効に検出するための結晶欠陥検査体とその結晶欠陥検出方法に関する。

#### 【0002】

##### 【従来の技術】

シリコンウェーハは、チョクラルスキー法（CZ法）若しくは浮遊帯域溶融法（FZ法）により成長した単結晶を薄片にスライスし、さらに表面を鏡面状に研磨して得られるシリコン単結晶基板（以下、「鏡面ウェーハ」と呼ぶことがある。）、又は、該鏡面ウェーハ上にシリコン単結晶薄膜を気相成長して形成されるシリコンエピタキシャルウェーハの総称である。

#### 【0003】

シリコンウェーハ中には、点欠陥、線欠陥、面欠陥など様々な結晶欠陥が形成されるが、これらのうちシリコンウェーハの表面に現れた結晶欠陥（以下、「表面欠陥」と呼ぶことがある。）は、シリコンウェーハの表面近傍に形成される半導体デバイスの電気的特性に大きな影響を及ぼすので、その発生状況を十分に管理する必要がある。

#### 【0004】

表面欠陥は、通常凹凸が殆どないので、選択エッチングにより凹凸を付けて検査される。選択エッチング用の液としては、ジルトル（Sirtl）液、セコ（Secco）液、ライト（Wright）液がよく知られているが（例えばセコ液とは、50%弗酸（HF）28.86molと重クロム酸カリウム（ $K_2Cr_2O_7$ ）0.15molの2:1混合水溶液）、いずれも酸化剤によってシリコンを酸化し、弗酸で酸化膜を溶解するタイプのエッチング液であり、結晶欠陥部分や歪が存在する領域では酸化剤による酸化速度が完全結晶と異なることを利用して凹凸を付し、結晶欠陥を顕在化させる。

#### 【0005】

そして選択エッチングにより顕在化した表面欠陥は、ノルマルスキー型の微分干渉顕微鏡を用いて、その発生密度が観察される。ノルマルスキー型の微分干渉顕微鏡では、高低差が3.5nm以上の凹凸や起伏が立体的に観察でき、面の傾きが干渉色の差となって観察できる。

## 【0006】

表面欠陥の密度計測の際には、倍率100倍～400倍にて面内5点～9点もしくはシリコンウェーハの直径方向に走査し、検出された表面欠陥数と測定領域面積とからシリコンウェーハ1枚当りの表面欠陥の発生個数を算出する。

## 【0007】

例えば、直径200mmのシリコンウェーハを倍率100倍の微分干渉顕微鏡を用いて直径方向に十字に走査する場合、顕微鏡視野が直径1.7mmであるとすると、測定領域面積は、

$$1.7\text{mm} \times 200\text{mm} \times 2 = 680\text{mm}^2 \text{である。}$$

この十字走査の結果、表面欠陥が1ヶ観察されたとすると、シリコンウェーハ1枚当りの表面欠陥の発生個数は、

$$1\text{ヶ} \times (\pi \times 100^2\text{mm}^2) \div 680\text{mm}^2 = \text{約}46\text{ヶ} \text{となる。}$$

## 【0008】

【発明が解決しようとする課題】

しかし、上記したシリコンウェーハ1枚当り約46ヶという表面欠陥の個数は、表面欠陥がシリコンウェーハの表面に均一に発現しているときにのみ成り立つ値である。例えば、表面欠陥がシリコンウェーハの一領域にのみ局在化して発現している場合には、上記個数は実際の状態から著しくかけ離れた値になる。また、表面欠陥の発生密度が小さい場合、例えば直径200mmのシリコンウェーハ1枚当りに発生している表面欠陥の個数が46ヶ未満の場合には、表面欠陥が顕微鏡の走査領域に存在していない確率が高いので、実質的に検出できなくなる。

さらに、抵抗率が $0.02\Omega \cdot \text{cm}$ 以下のシリコンウェーハにおいて、前記した選択エッチング用の液では結晶欠陥が顕在化されにくい。

## 【0009】

一方、シリコンウェーハの表面全体を簡単に検査することができる方法として、集光を利用した目視検査がある。

この目視検査において、選択エッチングを施したシリコンウェーハの表面に集光を当てると、表面欠陥は散乱光を発生するので、該散乱光を暗室内で目視する

ことにより、その発生パターンを観察することができる。しかし、目視検査では機械的に表面分布を得る等のマッピングすることができないので、表面欠陥の発生個数と発生位置を正確に把握することができない。

#### 【0010】

また、選択エッチングを施したシリコンウェーハの表面に顕在化した表面欠陥を光散乱式パーティクル検査装置で検出しようとする、選択エッチングにより発生するエッチング斑を表面欠陥と同様にパーティクルとして検出してしまうので、表面欠陥をエッチング斑から判別できない。

#### 【0011】

本発明は、上記課題を解決するためになされたものであり、シリコンウェーハの表面に形成された結晶欠陥の発生個数と発生位置を容易に検出することができるウェーハ検査体とその検査方法を提供することを目的としている。

#### 【0012】

##### 【課題を解決するための手段】

通常、エピタキシャル成長の前には、シリコンウェーハの表面に形成された自然酸化膜のエッチングと、シリコンウェーハの表面に発生した結晶欠陥の除去を目的としたシリコン表面のエッチングとを施すための熱処理が、常圧の水素雰囲気中1100℃～1200℃の温度範囲で行われている。この温度範囲であれば、自然酸化膜のエッチングとシリコン表面のエッチングは瞬時に終了する。

そして、清浄になったシリコンウェーハの表面にシリコン単結晶薄膜を気相成長すると、表面欠陥の発生が大幅に抑制されたエピタキシャル層が形成される。

#### 【0013】

ところで、水素による自然酸化膜のエッチングは、常圧の水素雰囲気中900℃以上の温度で行うことができるが、一方、水素によるシリコン表面のエッチング速度は、熱処理温度が1100℃よりも低い場合には急激に小さくなり、1080℃以下ではほとんどエッチングされなくなる。

#### 【0014】

そこで、シリコンウェーハを常圧の水素雰囲気中900℃以上1080℃以下の温度で熱処理すると、自然酸化膜は完全に除去されるがシリコンウェーハの表

面はほとんどエッチングされず、表面状態は保持されたままとなり、表面欠陥も除去されずに保存される。

【0015】

さらにこの熱処理後に、シリコンウェーハの表面に900℃以上1080℃以下の温度でシリコン単結晶薄膜を常圧下気相成長すると、表面欠陥は気相成長中も保存され、また、エピタキシャル層に結晶欠陥として転写されるので、シリコンウェーハ上の表面欠陥は、凹凸を有する結晶欠陥としてエピタキシャル層の表面に顕在化する。

そして、エピタキシャル層の表面に発現した結晶欠陥は凹凸を有するために、光散乱式パーティクル検査装置で測定すると、パーティクルと同様に結晶欠陥が検出されることになる。

【0016】

本発明は、かかる知見に基づいてなされたもので、

本発明のシリコンウェーハの結晶欠陥検査体は、表面欠陥を除去することなく自然酸化膜を除去した鏡面ウェーハの表面にエピタキシャル成長を行い、該エピタキシャル層の表面に凹凸を有する結晶欠陥を発現させたことを特徴とする。

【0017】

また、かかる結晶欠陥検査体は、鏡面ウェーハの表面欠陥を除去することなく自然酸化膜を除去する熱処理工程と、

前記熱処理工程を施した鏡面ウェーハの表面にエピタキシャル層の成長を行い、該エピタキシャル層の表面に凹凸を有する結晶欠陥を発現させるエピタキシャル成長工程とにより製造されることを特徴とする。

そしてより具体的には、前記熱処理工程と前記エピタキシャル成長工程は、常圧の水素雰囲気中で900℃以上1080℃以下の温度条件で行われることが好ましい。

【0018】

また、本発明の結晶欠陥検出方法は、前記検査体を用いてシリコンウェーハの表面に形成された結晶欠陥の発生個数と発生位置を容易に検出することができる検査方法に関するもので、自然酸化膜は除去するがシリコンウェーハの表面状態

は保持する温度条件で熱処理を施したウェーハの表面にエピタキシャル層の成長を行うことにより、該エピタキシャル層の表面に凹凸を有する結晶欠陥を発現させ、該凹凸を有する結晶欠陥を光散乱式パーティクル検査装置で検出することを特徴とする。さらに好ましくは、前記熱処理ならびに前記エピタキシャル層の成長を、常圧の水素雰囲気中で $900^{\circ}\text{C}$ 以上 $1080^{\circ}\text{C}$ 以下の温度で行うことを特徴とする。

#### 【0019】

##### 【発明の実施の形態】

以下、本発明に係るシリコンウェーハの結晶欠陥検出方法について、図に示した実験結果例等を用いて詳細に説明する。但し、この実施例に記載される材料、数値、環境条件などは特に特定の記載がない限り、この発明の範囲をそれのみに限定する趣旨ではなく単なる説明例に過ぎない。

##### 【実施例1】

まず、結晶欠陥密度が異なる、直径 $200\text{mm}$ 、抵抗率 $0.01\Omega\cdot\text{cm}\sim 0.02\Omega\cdot\text{cm}$ 、 $p$ 型のシリコン単結晶棒を予め9本用意する。次に、該シリコン単結晶棒を薄片にスライスし、さらに表面を鏡面状に研磨して、面方位が $(100)$ の鏡面ウェーハとする。該鏡面ウェーハは、各シリコン単結晶棒毎に、選択エッチング用と気相成長用の2組みに分けられる。

#### 【0020】

そして選択エッチング用の鏡面ウェーハは、前記セコ液を用いてエッチングされ、選択エッチングによりエッチピットとして顕在化した表面欠陥の発生状況が、ノルマルスキー型の微分干渉顕微鏡を用いて観察された。

顕微鏡観察は、選択エッチングされた鏡面ウェーハの主表面を倍率 $100$ 倍にて直径方向に十字に走査し、観察されたエッチピット数と測定領域面積とからシリコンウェーハ1枚当りのエッチピット数を算出して行われた。

#### 【0021】

一方、気相成長用の鏡面ウェーハは、水素雰囲気中に保持された気相成長炉内に載置され、常圧下 $1050^{\circ}\text{C}$ で3分間の熱処理が施された後に、その温度状態( $1050^{\circ}\text{C}$ )を保持したまま、原料ガスとしてトリクロロシラン( $\text{SiHCl}_3$ )



3) を供給し、厚さ  $4\text{ }\mu\text{m}$ 、抵抗率  $5\text{ }\Omega\cdot\text{cm}$  のエピタキシャル層を常圧で気相成長させ、結晶欠陥検査体とした。

#### 【0022】

前記気相成長用の鏡面ウェーハにエピタキシャル層が形成された結晶欠陥検査体を、光散乱式パーティクル検査装置で測定してみると、積層欠陥(SF)や転移欠陥など凹凸を有する結晶欠陥が前記結晶欠陥検査体の表面に顕在化し、パーティクルとして検出された。

本実施例においては、ウェーハ外縁より  $5\text{ mm}$  周辺部位を測定から除外した上で、ウェーハ全面に亘って直径  $0.1\text{ }\mu\text{m}$  以上のパーティクルを検出した。

#### 【0023】

図1に、本実施例において光散乱式パーティクル検査装置で測定された、エピタキシャル層表面のパーティクル数とエッチピット数との関係を示す。

図1から明らかなように、エピタキシャル層表面のパーティクル数とエッチピット数との間には、良い相関がある。

#### 【0024】

図2に、前記検査手順に基づいて作成した結晶欠陥検査体1の表面に顕在化した結晶欠陥2を、光散乱式パーティクル検査装置で測定した一例を示す。

図2から明らかなように、上記条件で成長させたエピタキシャル層の表面に発現する結晶欠陥2は、光散乱式パーティクル検査装置で検出することにより、従来のパーティクルの検出と同様に、ウェーハ表面1全面に亘ってマップ状に出力できるために、鏡面ウェーハの表面に形成された結晶欠陥の発生個数と発生位置を容易に知ることができる。

#### 【0025】

尚、本実施例においては、鏡面ウェーハを測定の対象としたが、例えばシリコンエピタキシャルウェーハの表面をさらに鏡面状に研磨した際に形成される凹凸の殆どない表面欠陥など、エピタキシャル成長を行うことにより凹凸を付けることの出来るものであれば、鏡面ウェーハ以外のシリコンウェーハについても同様に適用することができる。

#### 【0026】

【発明の効果】

以上記載の如く、本発明による検査体と検出方法を用いることにより、シリコンウェーハの表面に形成された表面欠陥の発生個数と発生位置を検出することができる。

【図面の簡単な説明】

【図 1】 エピタキシャル層表面のエッチビット数とパーティクル数に対応する結晶欠陥数との相関を示すグラフ図である。

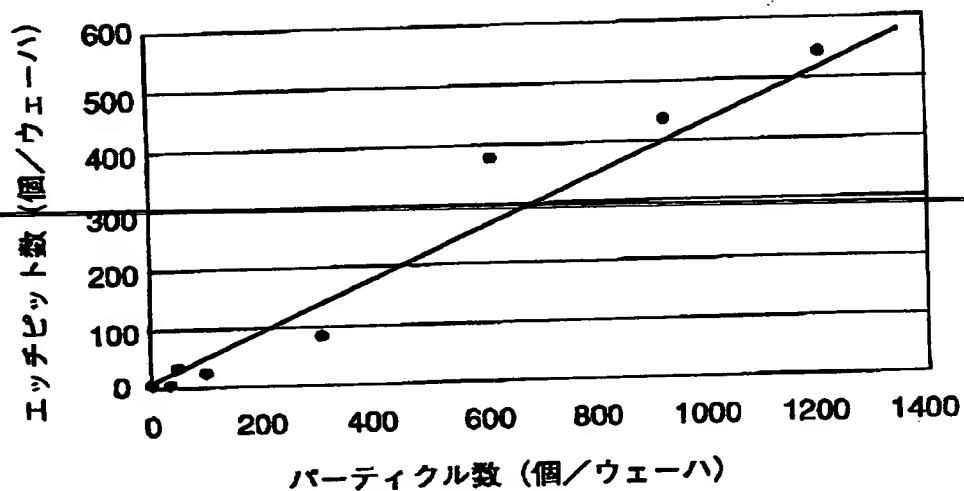
【図 2】 シリコンウェーハの表面に形成された結晶欠陥の発生個数と発生位置を示すマップ図である。

【符号の説明】

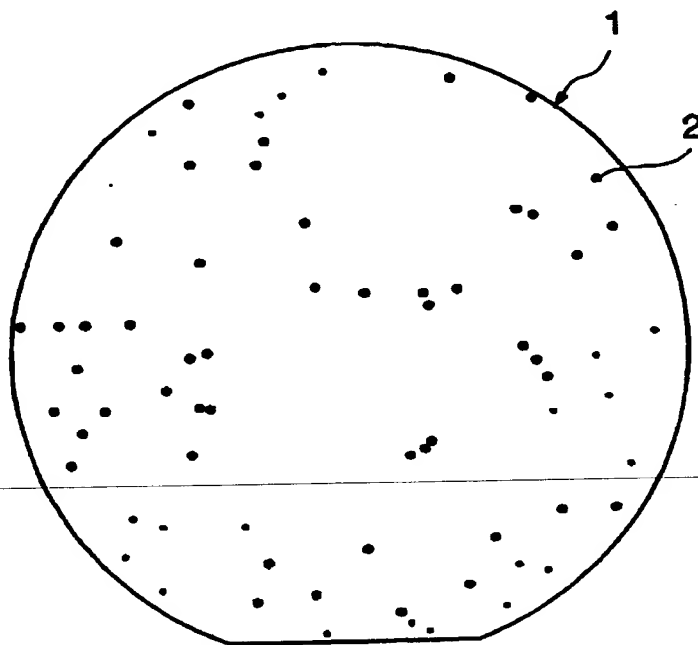
- 1 結晶欠陥検査体
- 2 結晶欠陥

【書類名】 図面

【図1】



【図2】



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 シリコンウェーハの表面に形成された結晶欠陥の発生個数と発生位置を容易に検出することができる結晶欠陥検査体とその結晶欠陥検出方法の提供。

【解決手段】 自然酸化膜は除去するがシリコンウェーハの表面状態は保持する温度条件、具体的には常圧の水素雰囲気中で900℃以上1080℃以下の温度で熱処理とエピタキシャル層の成長を行うことにより、該エピタキシャル層の表面に凹凸を有する結晶欠陥を発現させ、該凹凸を有する結晶欠陥を光散乱式パーティクル検査装置で検出する。

【選択図】 図1

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号

[000190149]

---

1. 変更年月日	1990年 8月 7日
[変更理由]	新規登録
住 所	東京都千代田区丸の内1丁目4番2号
氏 名	信越半導体株式会社

